

## 微波消解橡胶制品

### 1 前言

橡胶是指具有可逆形变的高弹性聚合物材料，在室温下富有弹性，在很小的外力作用下能产生较大形变，除去外力后能恢复原状。橡胶分为天然橡胶与合成橡胶二种。天然橡胶是从橡胶树、橡胶草等植物中提取胶质后加工制成；合成橡胶则由各种单体经聚合反应而得。橡胶制品广泛应用于工业或生活各方面。为了对橡胶成分进行分析，采用微波消解的方法对其进行前处理，本方法消解迅速，酸用量少，酸雾污染小，有利于后续对痕量元素的准确快速测定。

### 2 仪器与试剂

#### 2.1 仪器

新仪 MDS-15 微波消解仪，ECH-2 赶酸器，分析天平(十万分之一)等。



#### 2.2 试剂

硝酸(68%)，过氧化氢(30%)，硫酸(98%)

### 3 实验方法

#### 3.1 样品制备

将样品剪碎，粉碎效果越好消解难度越低。



天然橡胶粉碎前



天然橡胶粉碎后



合成橡胶粉碎前



合成橡胶粉碎后

#### 3.2 微波消解天然橡胶样品

硝酸是重金属消解最常用的酸，也是很多消解实验的基础酸。硝酸具有很强的酸性和氧化性，且绝大多数硝酸盐易溶于水，为后续测试带来方便，我们首先选用硝酸进行实验。

硝酸消解样品常用温度为  $180^{\circ}\text{C}$ ，这个温度下硝酸具有极强的氧化性，可以溶解大部分样品，可橡胶一类的高分子样品结构相对稳定，需要  $210^{\circ}\text{C}$  进行消解实验。取样品  $0.1\text{g}$ （精确至  $0.1\text{mg}$ ），加入  $8\text{mL}$  硝酸和  $1\text{mL}$  过氧化氢，静置  $10\text{min}$  左右，组装消解罐进行实验，参数如下：

阶段	温度/ $^{\circ}\text{C}$	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	210	25	400



样品可消解完全

### 3.3 微波消解合成橡胶样品

合成橡胶结构更加稳定，采用 3.2 的方法很难将样品彻底消解，需先添加 1mL 浓硫酸脱水碳化，然后补加 8mL 硝酸和 1mL 过氧化氢进行实验。实验最高温度 210℃，消解时间 25min。

### 3.4 取样量

高分子样品在分解时会生成大量二氧化碳，压力较高，取样量应控制在 0.1g 左右。

## 4 结果与讨论

天然橡胶样品取样量在 0.1 左右 g，加入 8mL 硝酸和 1mL 过氧化氢，210℃下消解 25 分钟，可将样品消解为澄清透明状态。合成橡胶消解相对复杂，需先加入 1mL 硫酸进行碳化处理，再进行微波消解。

### 注意事项

如果要增加取样量（控制在一定范围内），需进行预处理。橡胶种类较多，分子结构比较复杂，应根据样品的实际情况，选择最佳的消解方案。